

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

6/3,AB/5
DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001783651

WPI Acc No: 1977-04608Y/197703

Polyvinyl alcohol film mfr. with improved surface - involves scattering fine powder onto the surface(s) of the homogeneous film contg. 100-17 pts. water per 100 pts. PVA

Patent Assignee: KURARAY CO LTD (KURS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 51138772	A	19761130				197703 B

Priority Applications (No Type Date): JP 7563799 A 19750528

Abstract (Basic): JP 51138772 A

Mfr. of PVA film comprises (a) heating water-contg. PVA, (b) discharging it from a slit in film layer onto a first drying roller, (c) passing the PVA film through several drying rolls and thereby evaporating the water contained in the film. Method is improved by scattering 0.01 - 1 g/m² (w.r.t. one surface) fine powders of average grain diameter of 1 to 100 μ onto one or both surfaces of the homogeneous PVA film contg. 100 to 17 pts. of water per 100 pts. of PVA prior to completion of drying.

In this method use of solvents and adhesives is avoided, there is no danger of films adhering to each other, there is no falling-off of powder during the operations of printing, bag-mfr., and packing; and there is no environmental pollution or soiling of materials packed in the film.



(2,000円)

特 許 願

昭和50年5月28日

特許庁長官 齊藤英雄 殿

1. 発明の名称

ビロウマンカインフホウ
ポリビニルアルコールフィルム表面の改質法

2. 発明者

エヒメケン ナイショウカンバイナフ
愛媛県西条市神拝乙180番地

ホシノ イハチロウ
本田 伊八郎 (ほか1名)

3. 特許出願人

倉敷市西津1621番地

(108) 株式会社 クラレ
代表取締役 仙石 襄

4. 代理人

万式堂



東京都中央区日本橋3丁目10番5号
徳力ビル 株式会社クラレ内
電話 東京 03 (271) 1321 (代表)
(6747) 本多 堅

明 細 書

1. 発明の名称

ポリビニルアルコールフィルム表面の改質法

2. 特許請求の範囲

含水ポリビニルアルコールを加熱帯熱しスリットから薄膜状に吐出させ、第1の乾燥用ローラー上に流延し、以後いくつもの乾燥ローラー群を通過させ、水分を蒸発させポリビニルアルコールフィルムを製造するポリビニルアルコールフィルムの製造工程において、乾燥途中の含水ポリビニルアルコール薄膜の水分が該薄膜のポリビニルアルコール100部に対して100部ないし17部の状態にある含水ポリビニルアルコール薄膜上に平均粒子径1ないし100μの微粉末体を0.01ないし1g/m²(片面)量を該薄膜の片面または両面に実質的に均一に散布し、しかる後に乾燥を終了するポリビニルアルコールフィルム表面の改質法。

3. 発明の詳細な説明

本発明方法はポリビニルアルコールフィルム(

① 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 51-138772

⑬公開日 昭51.(1976)11.30

⑭特願昭 50-63799

⑮出願日 昭50.(1975)5.28

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号

6258 47

⑫日本分類

25(5)K/25

⑬ Int. Cl²

B05D 7/02

以後PVAフィルムと略す)のスリップ性および密着防止性を改良する目的でPVAフィルムに微粉末を散布するPVAフィルムの表面処理法において該微粉末体の脱落を防止するとともに、PVAフィルムの特徴を保持するPVAフィルムの表面改質法に関する。

PVAフィルムは、その透明性ならびに表面光沢等の見かけがすぐれており、機械的強度が高く、非帯電性であり、かつ印刷適性も優れているため、主として繊維製品の包装用素材として広く使用されている。しかしながら、このPVAフィルムは水に対する感受性が高く、特に高温度下においてフィルム面相互を接触させると密着を起すため、印刷、製袋、等の加工作業に支障をきたし、また繊維製品の袋詰め作業において袋の口部を開けることが困難となるなどの欠点を有している。

従来このような欠点を排除するため、ポリビニルアルコール系フィルムの表面に微粉末体を散布付着させる方法が広く行なわれている。しかしながらこの方法は密着防止に多大の効果を発揮する

が、該フィルム面に散布された微粉末は加工作業、接合作業などで脱落し、装置の汚損、環境の汚染が生じ、また包装される被塗製品が特に着色に染色されている場合には、脱落した粉末による被塗製品の白色への変色により商品価値が低下する。

本発明者等はかかる欠点を解決するため種々検討した結果PVAフィルムの製造方法のうち、含水ポリビニルアルコールを加熱溶解しスリットから薄膜状に吐出させ第1の乾燥ローラー上にそれを流延させ、以後いくつかの乾燥ローラー群を通過させ、水分を蒸発させPVAフィルムを製造する方法（たとえば特公昭88-28087）において、乾燥途中の含水ポリビニルアルコール薄膜の水分が該薄膜のポリビニルアルコール100部に対し100部ないし17部の状態にある含水ポリビニルアルコール薄膜上に平均粒子径1ないし100 μ の微粉末体を0.01ないし1 g/m^2 （片面）量を該薄膜の片面または両面に実質的に均一に散布し、しかる後に乾燥を終了することにより、該散布微粉末体がPVAフィルムから脱落することなく、かつ、スリップ性がよく、密着防止性のよい見かけの良好なPVAフィルムが得られることを見い出した。

本発明について、前記したPVAフィルムの製造時の乾燥ローラー配置の例図を参照しながら、構成について説明する。

図に示すように、あらかじめ加熱溶解されたPVA水溶液をダイより薄膜上に定量吐出させ、直ちに加熱されている第1ローラー上に流延し、次いで第2、第3、第4ローラーと順次通過させ該薄膜の水分を蒸発させPVAフィルムを製造するのであるが、この乾燥工程中において、該薄膜の水分がPVA100部に対し100部ないし17部の範囲において薄膜上へ後記する微粉末体を散布する。たとえば第2ローラー上の薄膜上に微粉末体を散布すると、該薄膜の水分によつて散布された微粉末体が捕捉され、薄膜中には前記した範囲の水分が含まれているため該薄膜が軟化した状態にあるため、次の第3ローラーに散布面がさしかかると、第2ローラーで微粉末体を散布し

た面が第3ローラーの表面に直接、接触することになり、散布された微粉末体が薄膜のテンションによりローラー面に押しつけられ、その反動で前記軟化状態薄膜中に各微粉末体の一部分が投錨され、その後乾燥をつづけて乾燥を終了すると、その投錨状態が固定され該微粉末体は脱落しない状態となる。フィルムの反対側の面に散布する必要がある場合はこの例では第3ローラーで微粉末体を散布するといふ。但しここで述べたローラーの符号は例であつて該薄膜の含水率が前記した範囲であればどこで散布してもよく、別にローラー上のフィルムに散布する必要はなく、ローラーからローラーへフィルムが移動しているところでもよい。該薄膜の水分が100部/PVA100部を超えたと該薄膜が過度に柔軟となるため、ローラーと接触すると、微粉末体が該薄膜中に大部分入りこみ、PVAフィルムの密着防止性は改良されないばかりでなく、該薄膜の少々の張力変動によつても、微粉末体の投錨した附近の薄膜部に応力が集中するためか微粉末体の周囲が若干薄くなり凹凸が目

立ち見かけをせこなり。また該薄膜の水分が17部/PVA100部未満であると散布した微粉末体が該薄膜に付着しにくく、そのため乾燥ローラーを通過する間に散布した微粉末体が脱落し、得られるPVAフィルムの密着防止性は悪い。

ついで、散布する微粉末体について説明する。この微粉末体の平均粒子径は1ないし100 μ の範囲、好ましくは5ないし20 μ がよく、微粉末体の種類としては前記の方法で投錨効果を示すものであればよく、たとえば珪酸、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、炭酸マグネシウム、硫酸マグネシウム、タルク、クレー等の無機質系粉末や、デンプン系等の有機質系粉末が使用できる。これらの微粉末体の平均粒子径が1 μ 未満では見かけを良好に保つ散布量の範囲では密着防止性を満足させることが出来ず、また平均粒子径が100 μ を超えると該微粉末粒子が目立ち見かけを良好に保つことができない。またこれらの微粉末体のPVAフィルムへの散布量は0.01 g/m^2 ないし1 g/m^2 （片面）、好ましくは0.05 g/m^2 ないし0.5

g/m² (片面) である。この散布量が 0.01 g/m² 未満では密着防止性が悪く、1 g/m² を越えるとき見かけが劣る。

以上述べたように本発明方法および本発明方法により得られる PVA フィルムには①微粉末を散布し、PVA フィルムに固着させるのに溶剤や接着剤を使用する必要がない、②処理された PVA フィルムは微粉末体が固着されており、フィルムの PVA 面相互が接触する機会がほとんどないためフィルムが密着することはなく、③印刷、製袋、袋詰め等の作業において実質的に粉の脱落がなく、フィルムの密着防止効果の劣化がほとんどないばかりでなく、作業環境の汚染も起さず、また袋内に充填される充填製品を汚損することがない、などのすぐれた特徴をもち、実用的価値の高いフィルムが本発明方法により得られる。

以下実施例、および比較例により本発明を詳細に説明する。なお実施例中の微粉末体散布量はすべて片面当りであり、含水率は PVA 100 部当りの水分である。PVA フィルムは図面に示すロ

ーラー配置に満ちる特公昭 88-28087 に準じて製造した。該フィルムにはグリセリン 10 部と活性剤が少量含まれている。

実施例 1

平均重合度 1700、けん化度 99.8 部のポリビニルアルコール 40 部に可塑剤を 4 部、水を 56 部、粘性剤を少量添加した組成物を 99℃ に加熱し溶解した溶液を幅 1160 mm のダイから 416 g/分の割合で吐出させ、8.72 m/分の速度で回転する径 600 mm、表面温度 65℃ の第 1 ローラー上に流延した。第 2 ローラーに入る際の水分は約 67% であった。第 2 ローラー上で平均粒子径 10 μ のテンブロン系微粉末体を電子式スプレーで 0.05 g/m² (片面) 散布し、その後のローラー群を通過させ乾燥を完了し、厚さ 20 μ の片面微粉末処理の PVA フィルムを得た。該フィルムの処理面の物性は表 1 に示すようにすぐれた値であった。なお第 2 ローラー以降の乾燥ローラーの表面温度は 75℃ に設定した。

実施例 2~4

実施例 1 と同様の方法で厚さ 20 μ の片面微粉末処理の PVA フィルムを製造するに際して、平均粒子径 1.5 μ の炭酸カルシウム系微粉末を 0.9 g/m² 散布した場合 (実施例 2)、平均粒子径 80 μ のクレー系微粉末を 0.6 g/m² 散布した場合 (実施例 3)、平均粒子径 7 μ のタルク系微粉末を 0.02 g/m² 散布した場合 (実施例 4) の表面改質 PVA フィルムの処理面の物性を表 1 に示すが十分使用できるフィルムが得られたことが判断できる。

実施例 5

実施例 1 と同様に 20 μ 厚さの PVA フィルムを作るに際し、第 6 ローラー上の水分は約 18% であった。この位置で平均粒子径 10 μ のテンブロン系微粉末を 0.05 g/m² 散布し、以後のローラー群で乾燥したフィルムの物性を表 1 に示す。この結果より使用できるフィルムであることがわかる。

実施例 6

平均重合度 1200、けん化度 99.0 モル部の PVA を 86 部、グリセリンを 4 部、水を 60 部とした溶液を 96℃ でダイから吐出させ実施例 1 と同様に第 1 ローラー (但し表面温度 60℃) に流延したところ、第 2 ローラーでの含水薄膜の水分は約 91% であった。ここで平均粒子径 7 μ のタルク系微粉末を 0.04 g/m² 散布し、以後の乾燥ローラー群で乾燥し表面改質 PVA フィルムを得た。この物性は表 1 に示すように使用できることを示している。

実施例 7

実施例 1 において吐出量を 880 g/分とし、第 1 ローラーの表面温度を 78℃ とした結果、第 2 ローラー上の水分は 48%、第 3 ローラー上の水分は約 37% であった。第 2 および第 3 ローラーの位置で平均粒子径 10 μ のテンブロン系微粉末をそれぞれ 0.06 g/m² 散布し、以後のローラー群で乾燥した結果、表 1 に示す物性の厚さ 40 μ の PVA フィルムが得られた。この結果はフィルム

の両面とも実用性の高い物性であることを示している。なお第2ローラー以降の乾燥ローラーの表面温度は82℃に設定した。

比較例1

実施例7において第1ローラーに粉液が流延された直後に炭酸カルシウム系微粉末(平均粒子径1.5 μ)を0.3 g/m^2 散布した。この位置の含水率は約120%であつた。これで得られたフィルムは微粉末体が大部分PVAフィルム中に埋没しているためか密着性がわるく、見かけも劣つていた(表1に物性を示す)。

比較例2

実施例5において第8ローラーで実施例5と同様に微粉末を散布した。この位置の含水率は約14%であつた。このフィルムの物性は表1に示すように、微粉末の脱着防止性に劣り、そのためか密着防止性も十分ではない。

比較例3

実施例6において散布する微粉末を平均粒子径0.5 μ の炭酸カルシウム系とし、散布量を1.2 g

$/m^2$ としたフィルムは密着防止性、および見かけで劣り使用できない(表1に物性を示す)。

比較例4

実施例1において微粉末体の散布量を0.005 g/m^2 とした以外は同様にしたところ、得られたフィルムは密着防止性に劣り使用できなかった(表1に物性を示す)。

比較例5

実施例1において散布する微粉末体を平均粒子径120 μ のクレ-系微粉末とした以外は同様にして表面改質PVAフィルムを得たが見かけが悪いフィルムであつた(表1に物性を示す)。

表1 本発明方法による表面改質PVAフィルムの物性

実施例 比較例	密着防止性 (ランク)	粉末脱落防止性 (ランク)	見かけ (ランク)
実施例1	A	A	A
実施例2	B~C	A	C
実施例3	A	A	B
実施例4	B	A	A
実施例5	A	B~C	A
実施例6	B	A	B
実施例7	A	A	A
比較例1	E	A	D
比較例2	C~D	D	A
比較例3	D	A	D
比較例4	D	A	A
比較例5	A	A	D

密着防止性：フィルムを10×10cmに切りとり、それを約50枚重ね、その上から80 g/cm^2 の重さをフィルム面に均一にかけ、30℃-80%RHの雰囲気中48時間放置後取り出

し、直さを除去しフィルム相互の剝離性を官能的に調べた。

A：まったく密着しない。B：やや密着気味だが問題なし。C：密着状態が散見されるが使用可。D：相当密着し、かろうじて剝離する。使用不可。E：密着し板状体。使用不可。

粉末脱落防止性：外径32mm、幅24mmの円筒の外表面に黒色の糊ビロードを貼布した持具をフィルム上を50cm長さによりわたり、ころがすことなくすべらし、フィルム面から脱落する微粉末体を黒色ビロード状に線上に捕捉する。この捕捉量を官能的に判断しランク付けする。

A：微粉がつかない。B：幅1mm程度に薄くつく。C：幅1.5mm程度につく。D：幅2mm程度でやや裂くつく。E：幅8mm以上ではつきり白線となる。AないしCランクが合格である。

見かけ：官能検査をする。

A：優良、B：良、C：可、D：白く目立つ、

E: 白っぽい感じが強く、凹凸等もある。

AないしCが合格である。

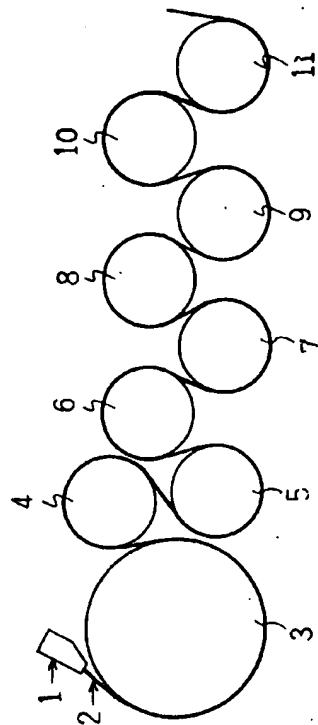
4. 図面の簡単な説明

本発明方法におけるPVAフィルム製造に関する乾燥ロール群配置の1例を示す。実施例、比較例においては第1ローラーは幅1800mm、ローラー径600mm、第2ローラー以降は幅1800mm、ローラー径800mmを使用した。

- | | |
|-------------|-------------|
| 1・・・ダイ | 7・・・第5ローラー |
| 2・・・PVA含水薄膜 | 8・・・第6ローラー |
| 3・・・第1ローラー | 9・・・第7ローラー |
| 4・・・第2ローラー | 10・・・第8ローラー |
| 5・・・第3ローラー | 11・・・第9ローラー |
| 6・・・第4ローラー | |

特許出願人 株式会社 ク ラ レ

代 理 人 弁 理 士 本 多 堅



5. 添付書類の目録

- | | |
|-----------|-----|
| (1) 副 本 | 1 通 |
| (2) 明 細 書 | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |
| (4) 図 面 | 1 葉 |

6. 前記以外の発明者

エヒメケンシユウソクダシノコマツチヨウオオゴウコウ

愛媛県周桑郡小松町大郷甲183番地

アリ マ ムフ オ
有 属 勝 夫